

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **169 450** (13) **U1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК
[G01N 25/02 \(2006.01\)](#)
[C22C 28/00 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

Статус: прекратил действие, но может быть восстановлен (последнее изменение статуса:
09.04.2018)
Пошлина: учтена за 1 год с 01.08.2016 по 01.08.2017

(21)(22) Заявка: [2016131643](#), 01.08.2016(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.08.2016

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.08.2016

(45) Опубликовано: [17.03.2017](#) Бюл. № 8

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **КОНАШКОВ В.В., ЦЕПЕЛЕВ В.С. и др., "КОМПЛЕКС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ РАСПЛАВОВ", ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА**, 2012, номер 1, с.162-163. **RU 2229702 C2**, 27.05.2004. **SU 626619 A1**, 15.03.1986. **SU 911272 A1**, 07.03.1982. **CN 204086179 U**, 07.01.2015.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

**Цепелев Владимир Степанович (RU),
Орлов Павел Петрович (RU),
Поводатор Аркадий Моисеевич (RU),
Конашков Виктор Васильевич (RU),
Вьюхин Владимир Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

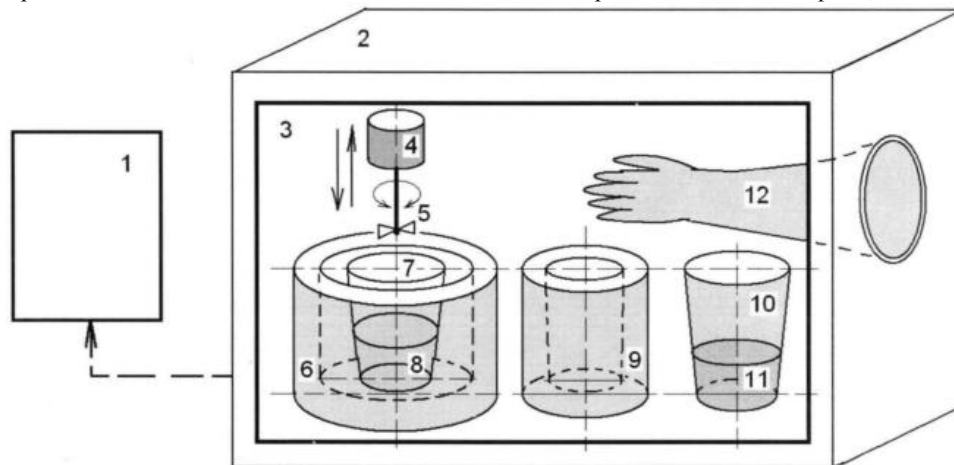
**федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)**

(54) Устройство для исследования бинарного бариево-литиевого сплава

(57) Реферат:

Полезная модель относится к технической физике и может быть использована в лабораторных исследованиях, при выполнении лабораторных работ. Заявленное устройство включает герметичный бокс, выполненный с возможностью ручных манипуляций внутри него, лопастное перемешивающее устройство, тигель и электропечь, изложницу, изолирующий сосуд. В вышеотмеченном боксе размещены тигель и электропечь, изложница, по меньшей мере один изолирующий сосуд, лопастное перемешивающее устройство. Тигель размещен в электропечи, а лопасти перемешивающего устройства помещены в расплав шихты, находящейся в этом тигле, скорость вращения этих лопастей составляет до 1000 об/мин. Технический результат - ускорение, упрощение и удешевление экспериментов, а также сохранность и однородность образцов расплава без изменения его физико-химических свойств на

протяжении исследований вплоть до их завершения. 6 з.п. ф-лы, 3 ил.



Фиг. 1

Предлагаемая полезная модель относится к технической физике, в частности к устройствам изучения образцов двухкомпонентных металлических сплавов, а именно устройствам для исследования термозависимостей физических свойств расплавов - вязкости, электропроводности, плотности, поверхностного натяжения образцов химически активных сплавов преимущественно фотометрическими методами. Полезная модель может быть использована в лабораторных исследованиях, при выполнении лабораторных работ в вузах. Дополнительной сферой применения является разработка технологических схем получения таких сплавов в металлургии и формирования у них заданных свойств.

Изучение термозависимостей свойств образцов сплавов позволяет определить их структурно-чувствительные характеристики, проводить прогностический анализ и давать рекомендации для получения сплавов с заданными характеристиками, при этом выделять характеристики цикла нагрева/охлаждения, температуры гистерезиса $t_{\text{г}}$, аномальные $t_{\text{ан}}$ и критические $t_{\text{кр}}$ температурные точки. Для этого в основном используют бесконтактные фотометрические устройства, в частности при определении вязкости, поверхностного натяжения, плотности образца расплава. При этом измеряют траектории отраженного от зеркала светового луча - «зайчика» - путем изучения параметров крутильных колебаний упругой нити с подвешенным на ней в электропечи тиглем с этим образцом, а также фотометрии эллиптического контура лежащей на подложке капли расплава - см. Конашков В.В. и др. «Комплекс для исследования физических свойств высокотемпературных металлических расплавов», журн. «Приборы и техника эксперимента», 2012, №1, с. 162-163.

Проблемы возникают при изучении физических свойств химически активных сплавов. Это относится, в том числе, к бариевым сплавам с содержанием бария более 20%, активно взаимодействующим с материалами тиглей и быстро корродирующим на воздухе. Их получают, например, в электролизерах путем электролиза расплавленных солей бария при температуре электролиза 700°C. При содержании бария меньше 8% получены бариевые сплавы сплавлением в стеклянных трубках под слоем масла с высокой температурой кипения - см. - Вол А.Е. «Строение и свойства двойных металлических систем», Физматгиз, М., 1959, т. 1, с. 566-568 - аналог. Такие уникальные способы и устройства получения вышеуказанных сплавов существенно усложняют возможность оценки их физических свойств и термозависимостей этих свойств.

Известна диаграмма состояния с ограниченными, вследствие трудностей изучения из-за вышеуказанной активности, параметрами, полученная при лабораторном исследовании бинарного сплава бария и лития - см. «Диаграммы состояния двойных металлических систем», Справочник в 3-х т., под ред. Н.П. Лякишева, М., Машиностроение, 1996, с. 531-532 - аналог. Исследовательский и практический интерес вызывает область с процентным соотношением компонентов бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n $m=(60-80)$ % весовых, преимущественно $m=70\%$, $n=(40-20)$ % весовых, преимущественно $n=30\%$ см. вышеуказанное «Диаграммы ...». Преимущественные величины $m=70\%$, $n=30\%$ обусловлены минимальной температурой плавления эвтектического сплава, $t_{\text{пл}}=+1430^\circ\text{C}$. Параметры физических свойств бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n с вышеуказанным соотношением компонентов представляют практический интерес, однако они не изучены именно вследствие отсутствия соответствующих устройств, функционирующих при высокой химической активности сплавов лития и бария Ba_mLi_n .

Прототипом предлагаемого устройства является устройство для исследования бинарного бариево-литиевого сплава, содержащее тигель с изучаемым образцом сплава в виде шихты, размещенный внутри электропечи с инертной атмосферой, - см. вышеуказанное Конашков В.В. и др. «Комплекс ...» - прототип.

Недостатками устройств, указанных в аналогах и прототипе, являются, во-первых, сложность обеспечения с их помощью как собственно выплавки и получения однородных образцов, так и изучения физических свойств химически активного бинарного бариево-литиевого сплава. Во-вторых, сложно обеспечить сохранность образцов этого сплава и неизменности его характеристик. В-третьих, сплав взаимодействует с тиглем. В-четвертых, имеются потери компонентов сплава от окисления и угара вследствие химического взаимодействия расплава Ba_mLi_n с тиглем и/или воздухом, а следовательно, нет гарантии изучения физических свойств образцов вплоть до завершения экспериментов, с процентным соотношением компонентов бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n при $m=(60-80)$ % весовых, преимущественно $m=70\%$, $n=(40-20)\%$ весовых, преимущественно $n=30\%$, характерных для области эвтектического сплава, имеющей минимальную температуру плавления.

Задачей полезной модели является обеспечение определения температурных зависимостей физических свойств, в частности кинематической вязкости, поверхностного натяжения и плотности этих образцов, путем обеспечения возможности получения образцов расплава бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n при соотношении компонентов, характерных для эвтектического расплава, для обеспечения сохранности образцов и однородности сплава без изменения физико-химических свойств расплава Ba_mLi_n вплоть до завершения экспериментов, а кроме того, уменьшение времени выплавки сплава и потерь от его окисления и угара.

Поставленная задача решается с помощью полезной модели - устройства для исследования бинарного бариево-литиевого сплава.

1. Устройство для исследования бинарного бариево-литиевого сплава, содержащее тигель с изучаемым образцом сплава в виде шихты, размещенный внутри электропечи с инертной атмосферой, отличающееся тем, что в него введены герметичный перчаточный бокс со смотровым окном, выполненный с возможностью ручных манипуляций внутри него, лопастное перемешивающее устройство, изложница и по меньшей мере один изолирующий сосуд, в этом боксе размещены вышеуказанные электропечь и тигель, изложница, по меньшей мере один изолирующий сосуд, лопастное перемешивающее устройство, лопасти перемешивающего устройства помещены в расплав шихты, находящейся в этом тигле, а скорость вращения этих лопастей составляет до 1000 об/мин;

2. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что тигель выполнен из нержавеющей стали в виде конусообразного стакана с толщиной стенки до 0,5 мм и объемом до 400 мл и обладает возможностью его многократного использования;

3. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что перемешивающее устройство выполнено преимущественно в виде верхнеприводной лопастной мешалки с лопастями из нержавеющей стали;

4. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изложница выполнена разъемной из нержавеющей стали, а ее масса по меньшей мере на порядок превышает массу тигля с расплавом;

5. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изложница выполнена с возможностью разделения ее внутреннего объема по меньшей мере на две части посредством размещенной в ней извлекаемой перегородки из нержавеющей стали;

6. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что герметичный перчаточный бокс выполнен из нержавеющей стали;

7. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изолирующий сосуд выполнен в виде набора тиглей, внутренний суммарный объем которых не меньше объема вышеуказанного тигля.

Предлагаемая полезная модель поясняется чертежами:

фиг. 1. Блок-схема исследовательского комплекса;

фиг. 2. Внешний вид герметичного перчаточного бокса;

фиг. 3. Термозависимость кинематической вязкости образца сплава $Ba_{70}Li_{30}$.

Исследовательский комплекс, блок-схема которого приведена на фиг. 1, содержит измерительный блок 1, герметичный перчаточный бокс 2 со смотровым окном 3, лопастное перемешивающее устройство 4 с лопастями 5, электропечь 6, тигель 7 с расплавом шихты 8, изложница 9, изолирующий сосуд 10 с парафином 11, перчатки 12.

Измерительный блок 1 представляет собой комплекс установок (на схеме не показано) для исследования в вакууме или инертной атмосфере бесконтактным фотометрическим способом термозависимостей кинематической вязкости, поверхностного натяжения, плотности, электросопротивления образцов сплавов. При исследовании шихту образцов массой до 25 граммов каждый и объемом $(2-25) \text{ см}^3$ помещают в тигель или на подложку из BeO , которые соответственно размещают внутри цилиндрического вольфрамового электронагревателя электропечи (на схеме не показано; - см. прототип. Герметичный перчаточный бокс 2 массой 43 кг выполнен из нержавеющей стали со смотровым стеклянным окном 3 - см. фиг. 2 - и обладает возможностью ручных манипуляций внутри него, например, с помощью перчаток 12. Контроль величины давления в боксе 2 осуществляют посредством манометра-вакуумметра 13. Лопастное перемешивающее устройство 4 с лопастями 5, выполненными из нержавеющей стали, представляет собой верхнеприводную регулируемую лабораторную электрическую вертикальную мешалку например, HS-

50А. Нагрев электропечи 6, выполненной в виде печи сопротивления мощностью до 10 кВА, регулируют в диапазоне до +500°C посредством симисторного регулятора температуры на основе датчика-термопары (на схеме не показаны), закрепленной в корпусе этой электропечи 6. Тигель 7 выполнен из нержавеющей стали в виде конусообразного стакана с толщиной стенки до 0,5 мм и объемом до 400 мл. Он обладает возможностью многократного использования. Изложница 9 массой до 4 кг и внутренним объемом до 500 мл выполнена разъемной из нержавеющей стали, причем ее масса по меньшей мере на порядок превышает массу тигля 7, заполненного до верхнего края расплавом шихты 8. Изложница 9 выполнена с возможностью разделения ее внутреннего объема по меньшей мере на две, преимущественно на четыре, части посредством размещенной в ней извлекаемой перегородки из нержавеющей стали, преимущественно крестообразной формы. В таком случае могут быть получены образцы для исследования, имеющие определенный объем, например, требуемый для изучения кинематической вязкости расплава.

Изолирующий сосуд 10 выполнен из нержавеющей стали в виде конусообразного стакана с толщиной стенки до 0,5 мм и объемом не меньше 500 мл. Кроме того, функционально он может быть выполнен в виде набора вышеуказанных к тиглей объемом до 25 см³, например, из BeO, суммарный объем которых не меньше объема тигля 7. Парафин 11 имеет объем 50-100 мл и может быть как в жидкой фазе, при $t_{пл} = +(45-90)^\circ\text{C}$, так и в твердой, при $t = +(20-45)^\circ\text{C}$, в зависимости от условий эксперимента. При этом в первом случае расплав шихты 8 охлаждают в изложнице 9 перед его помещением в изолирующий сосуд 10 до температуры жидкого парафина 11, а во втором случае расплав шихты 8 охлаждают в изложнице 9 до температуры, превышающей $t_{пл}$ парафина 11.

Шихта 8 для получения бинарного сплава Ba_mLi_n представляет собой куски чистых металлов Li и Ba, с содержанием основного компонента не меньше 98-99% весовых, как в шихте лития, так и аналогично в шихте бария. Например, технически чистый барий в слитках БМ имеет 99,6% массы, чистота бария в друзах в виде штабиков БР-1, БР-2 равна 99,9% массы.

Предлагаемую полезную модель используют нижеследующим образом.

В герметичный перчаточный бокс 2 помещают компоненты шихты 8, изложницу 9, изолирующий сосуд 10 с парафином 11, а также электропечь 6. В тигле 7 размещают первый компонент шихты 8 сплава Ba_mLi_n в виде шихты лития Li_n , после чего помещают этот тигель 7 в электропечь 6. Бокс 2 закрывают, вакуумируют его до $2 \cdot 10^{-1}$ мм рт.ст., затем заполняют аргоновой атмосферой, при этом контролируют давление посредством манометра-вакуумметра 13 - см. фиг. 3. Включают электропечь 6, при этом ее нагрев составил не более 400°C. Контроль температуры проводят внутри бокса 2 с помощью оптического пирометра фирмы Raytek (Raynger^S STTM 25 Pro) (на схеме не показан). Плавят первый компонент - Li_n , затем в его расплав добавляют по меньшей мере по одному предварительно до начала эксперимента измельченному до массы не более 10 г фрагменту второго компонента в виде шихты бария Ba_m . После каждой добавки Ba_m в шихту 8 вводят лопасти 5 перемешивающего устройства 4 путем его опускания, включают устройство 4, перемешивают расплав шихты 8 до растворения фрагментов бария Ba_m , преимущественно в течение 1-2 минут, при скорости перемешивания до 1000 об/мин. Повторяют эту операцию вплоть до растворения в расплаве шихты 8 последнего фрагмента шихты бария Ba_m , после 20-30 минут работы электропечи 6 при температуре в ней до 400°C завершают плавку шихты 8. Полученный расплав Ba_mLi_n из тигля 7 выливают в изложницу 9.

Проведено 4 эксперимента по выплавке слитков сплава Ba_mLi_n с массой M_i каждого из них $M_i = (100, 317, 397, 400) \pm 0,1$ граммов. Общее время плавки от включения электропечи 6 до выпуска шихты 8 в изложницу 9 составляет от 40 до 60 мин в каждом из четырех экспериментов. Осуществляют медленную кристаллизацию расплава Ba_mLi_n синхронно с остыванием выключенной электропечи 6 до комнатной температуры. Извлекают слиток шихты 8 сплава Ba_mLi_n из изложницы 9, разделяют его на отдельные фрагменты - образцы, например, массой до 25 граммов, в виде кусочков слитка. Эти образцы шихты 8 сплава Ba_mLi_n помещают в изолирующий сосуд 10 под слой парафина 11. Парафин 11 обеспечивает защиту и хранение шихты 8 сплава Ba_mLi_n от окисления в воздухе. Образцы либо погружают в жидкий парафин 11, как отмечено выше, при этом расплав шихты 8 сплава Ba_mLi_n охлаждают в изложнице 9 до температуры жидкого парафина 11 либо расплав шихты 8 сплава Ba_mLi_n охлаждают в изложнице 9 до температуры, превышающей $t_{пл}$ парафина 11.

Затем изолирующий сосуд 10 вынимают из бокса 2. Образцы шихты 8 сплава Ba_mLi_n извлекают из парафина 11 в изолирующем сосуде 10, взвешивают, после чего каждый из образцов переносят в измерительный блок 1. Образцы помещают в тигли (или на подложку), размещенные внутри соответствующих электропечей измерительного блока 1 (на схеме не показано). Данные операции суммарно занимают до 20 минут. Каждую из установок измерительного блока 1 вакуумируют до разрежения 10^{-4} мм рт.ст., заполняют инертным газом и, как указано выше, фотометрическим способом исследуют термозависимости физических свойств -

кинематической вязкости, поверхностного натяжения, плотности расплава образцов шихты 8 сплава Ba_mLi_n . Фиг. 3 иллюстрирует полученную на одной из установок измерительного блока 1 термозависимость кинематической вязкости расплава образца сплава $Ba_{70}Li_{30}$ массой $M=317$ граммов.

В четырех отмеченных выше образцах выплавленной шихты 8 сплава Ba_mLi_n вблизи минимальной температуры плавления $t_{пл}=+143^{\circ}C$ эвтектического сплава $Ba_mLi_n=Ba_{70}Li_{30}$, у бария Ba_m значения m находятся внутри диапазона (60-80) % весовых, у лития Li_n значения n находятся внутри диапазона (40-20) % весовых. Примеси стронция Sr составили до 1,8% весовых, значения примеси алюминия Al составили до 2,99% весовых, остальные примеси имели пренебрежимо малые значения:

$Ba_m(\%)=71,1/65,2/62,9/56,9$

$Li_n(\%)=24,5/33,0/34,7/38,1$

$Sr(\%)=0,95/0,5/1,7/1,8$

$Al(\%)=2,99/-/-/2,1$

Данные результаты получены при эмиссионно-спектральном анализе посредством прибора «САР6300Duo». Сумма определяемых компонентов нормирована до 100%.

Уменьшение массы образцов выплавленной шихты 8 сплава Ba_mLi_n в ходе двух экспериментов по изучению кинематической вязкости составило 0,1 грамма, что свидетельствует о небольшом значении угара изучаемого сплава и инертности материала тигля по отношению к изучаемому расплаву $Ba_mLi_n=Ba_{70}Li_{30}$.

Предложенное устройство обеспечивает технический результат, а именно возможность определения физических свойств образцов химически активного бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n , путем обеспечения возможности получения образцов расплава бинарного сплава лития и бария Ba_mLi_n при соотношении компонентов, характерных для эвтектического расплава, при $m=(60-80)$ % весовых и $n=(40-20)$ % весовых, ускорение, упрощение и удешевление экспериментов, сохранность и однородность образцов расплава без изменения его физико-химических свойств на протяжении исследований вплоть до их завершения, а также уменьшение времени выплавки сплава и потерь от окисления и угара, обеспечивает устранение возможности неконтролируемого взаимодействия материала тигля с образцом расплава в ходе эксперимента, расширение функциональных возможностей исследовательского комплекса и в конечном итоге обеспечивает увеличение достоверности и точности полученных результатов.

Предложенное техническое решение, содержащее вышеуказанную совокупность отличительных признаков, а также совокупность ограничительных и отличительных признаков, при достижении вышеописанного технического результата, позволяет считать предложенное техническое решение имеющим уровень полезной модели.

Формула полезной модели

1. Устройство для исследования бинарного бариево-литиевого сплава, содержащее тигель с изучаемым образцом сплава в виде шихты, размещенный внутри электропечи с инертной атмосферой, отличающееся тем, что в него введены герметичный перчаточный бокс со смотровым окном, выполненный с возможностью ручных манипуляций внутри него, лопастное перемешивающее устройство, изложница и по меньшей мере один изолирующий сосуд, в этом боксе размещены вышеуказанные электропечь и тигель, изложница, по меньшей мере один изолирующий сосуд, лопастное перемешивающее устройство, лопасти перемешивающего устройства помещены в расплав шихты, находящейся в этом тигле, а скорость вращения этих лопастей составляет до 1000 об/мин.

2. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что тигель выполнен из нержавеющей стали в виде конусообразного стакана с толщиной стенки до 0,5 мм и объемом до 400 мл и обладает возможностью его многократного использования.

3. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что перемешивающее устройство выполнено преимущественно в виде верхнеприводной лопастной мешалки с лопастями из нержавеющей стали.

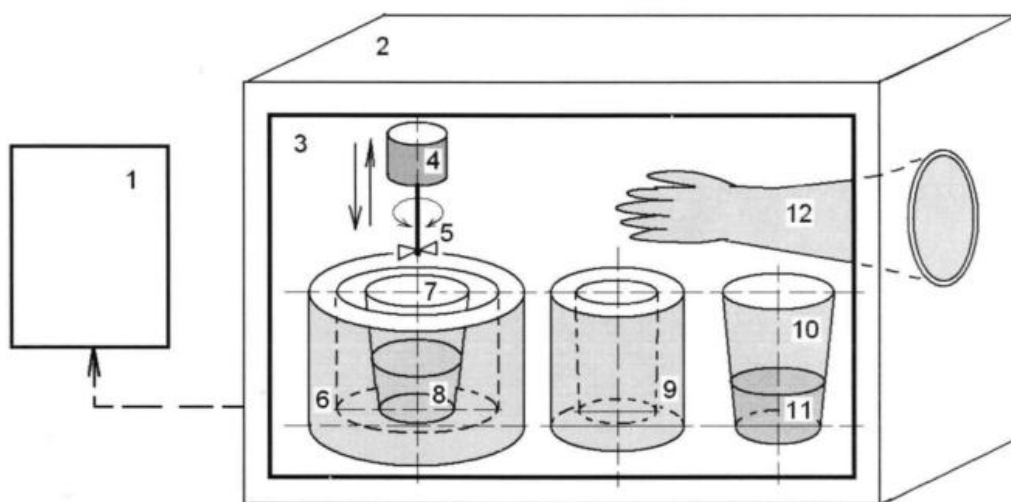
4. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изложница выполнена разъемной из нержавеющей стали, а ее масса по меньшей мере на порядок превышает массу тигля с расплавом.

5. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изложница выполнена с возможностью разделения ее внутреннего объема по меньшей мере на две части посредством размещенной в ней извлекаемой перегородки из нержавеющей стали.

6. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что герметичный перчаточный бокс выполнен из нержавеющей стали.

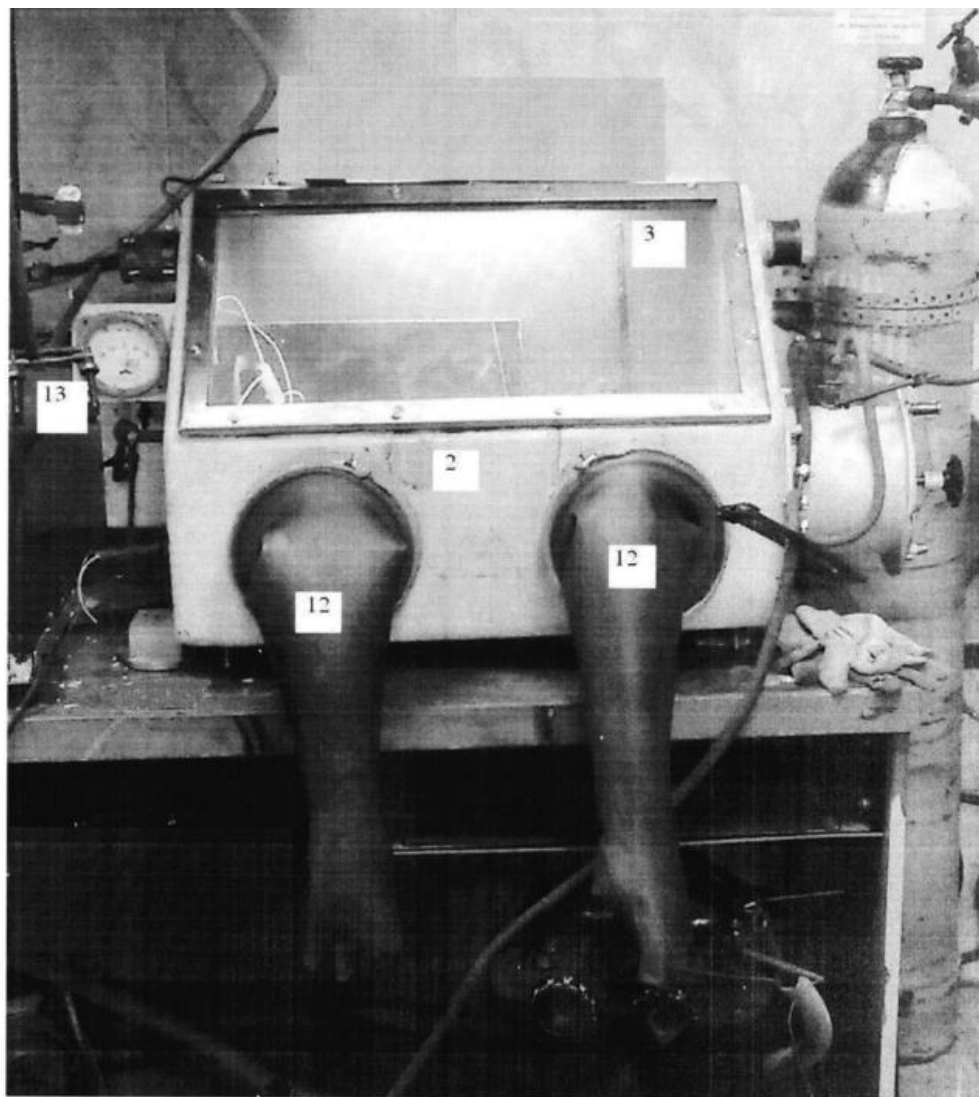
7. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что изолирующий сосуд выполнен в виде набора тиглей, внутренний суммарный объем которых не меньше объема вышеуказанного тигля.

Устройство для исследования бинарного
бариево - литиевого сплава



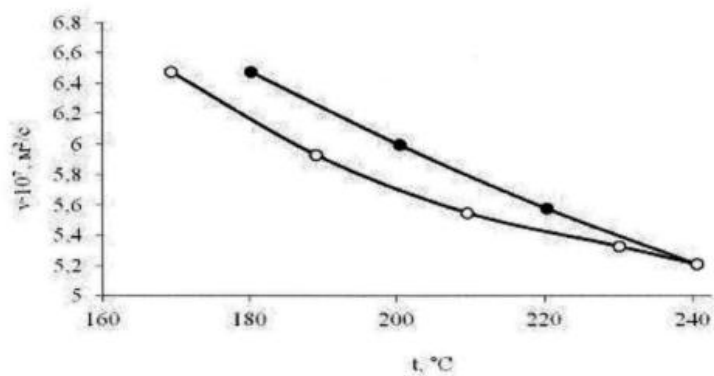
Фиг. 1

Устройство для исследования бинарного
бариево - литиевого сплава



Фиг. 2

Устройство для исследования бинарного
бариево - литиевого сплава



Температурная зависимость кинематической вязкости образца плавки
● – нагрев, ○ – охлаждение.

Фиг. 3

ИЗВЕЩЕНИЯ

Дата прекращения действия патента: **02.08.2017**

Дата внесения записи в Государственный реестр: **04.04.2018**

Дата публикации и номер бюллетеня: **04.04.2018** Бюл. №10

